(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-113829

(43)公開日 平成8年(1996)5月7日

技術表示箇所		FΙ	庁内整理番号	导	識別記-		(51) Int.Cl. ⁶		
				Z		14	LF 8/1	D01F	
				D	307	92	6/9		
	•			F					
				Z		94	6/9		
				K	301	84	LF 6/8	// D011	
R 請求項の数25 OL (全 12 頁	未請求	永請査審							
3160	0000031	(71)出願人		42	² 7-2133	特脲	(21)出願番号		
i 維株式会社	東洋紡績								
大阪市北区堂島浜2丁目2番8号	大阪府大		22日) 8月	年(1995	平成	(22)出顧日		
史	岡 哲史	(72)発明者							
大津市堅田二丁目1番1号 東洋線	滋賀県大			89	² 6-1996	路号 特廢	(31)優先権主張番号		
会社総合研究所内	植株式会			124 E	1994) 8 /	平6	(32)優先日		
誠喜	西原	(72)発明者			(JP)	国 日本	(33)優先権主張国		
大津市堅田二丁目1番1号 東洋線	滋賀県大								
会社総合研究所内	績株式会			-					
浩	安田 沿	(72)発明者							
大津市堅田二丁目1番1号 東洋制	滋賀県大								
	績株式会								

(54) 【発明の名称】 新規なポリマーブレンド繊維およびその製造法

(57)【要約】

【課題】安定な紡糸工程により品質変動の少なく,かつ 新規な相分離形態を有するポリマーブレンド繊維を提供 する。

【解決手段】2成分からなる半相溶系ポリマープレンドを相溶状態にして溶融紡糸し、紡出後の工程で相分離構造を発現させることにより製造される新規なポリマープレンド繊維およびその製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】2成分からなるポリマーブレンド繊維であり、繊維横断面内において、一成分が円換算直径で0.001~0.4ミクロンのサイズに分散、相分離していることを特徴とする新規なポリマーブレンド繊維。

【請求項2】2成分からなるポリマーブレンド繊維であり、繊維の縦、横断面において、一成分が分散、相分離しており、相分離した分散相の、繊維横断面内における円換算直径(A)および繊維縦断面内における円換算直径(B)の比(P)が下記(1)式の通り、2.0以下 10であることを特徴とする新規なポリマーブレンド繊維。 $P=B/A \le 2.0$ (1)

【請求項3】相分離した分散相の、繊維横断面内における円換算直径(A)および繊維縦断面内における円換算直径(B)の比(P)が下記(1)式の通り、2.0以下である請求項1記載の新規なポリマープレンド繊維。P=B/A≤2.0 (1)

【請求項4】2成分からなるポリマープレンド繊維であり、繊維の縦、横断面において、一成分が分散、相分離しており、相分離した分散相が、繊維軸方向及び/又は 20断面方向に連通した形態を有する相分離構造である新規なポリマープレンド繊維。

【請求項5】相分離した分散相の繊維横断面における円換算直径が0.005~0.1ミクロンである請求項1~4のいずれかに記載の新規なポリマープレンド繊維。

【請求項6】相分離した分散相の繊維横断面における円換算直径が $0.01\sim0.1$ ミクロンである請求項 $1\sim4$ のいずれかに記載の新規なポリマーブレンド繊維。

【請求項7】相分離構造が、連続相および/または分散相からなり、繊維横断面より任意に選んだ20個の分散 30相の平均面積(X)が0.15平方ミクロン以下で、かつそのばらつきを表す指標Yが2.0以下である請求項1,2,3,5,6のいずれかに記載の新規なポリマープレンド繊維。

Y = R / X (R = Xmax - Xmini)

(但し、Xは、任意に選んだ20個の分散相の平均面積。Xmaxは、任意に選んだ20個の分散相のうち、面積の最も大きいものから3つの平均値。Xminiは、任意に選んだ20個の分散相のうち、面積の最も小さいものから3つの平均値。)

【請求項8】円換算直径で0.001~5ミクロンの微小空洞が無数にあり、かつそれぞれが互いに連結した海

綿状の構造を有する繊維。

【請求項9】ポリマーブレンドが、下記(2)式で表される重合度の比率Nが50以下のポリマーブレンドである請求項 $1\sim8$ のいずれかに記載の新規なポリマーブレンド繊維。

2

$$N = n 1 / n 2$$
 (2)

(但し, n1はポリマープレンド成分の中で重合度の大きい方のポリマーの重合度, n2はポリマープレンド成分の中で重合度の小さい方のポリマーの重合度。)

【請求項10】2成分のうち少なくとも1成分が結晶性ポリマーである請求項1~9のいずれかに記載の新規なポリマーブレンド繊維。

【請求項11】ポリマーブレンドがポリスチレンとポリーεーカプロラクトン樹脂のブレンドである請求項1~10のいずれかに記載の新規なポリマーブレンド繊維。

【請求項12】ポリマーブレンドが下記条件を満足する C, D二種のポリマーからなる請求項1~10のいずれ かに記載の新規なポリマーブレンド繊維。ここでCは、モノマーユニットa, bからなる重合度50以上の共重 合体である。Dは、ホモポリマーであっても共重合体で あっても良いがCを構成するモノマーユニットaのみからなる重合度50以上のホモポリマーとのブレンドにおいては完全相溶系であり、かつCを構成するモノマーユニットbのみからなる重合度50以上のホモポリマーとのブレンドにおいては非相溶系である。

【請求項13】共重合体(A)を構成するモノマーユニットの一方の成分がエチレンテレフタレートであることを特徴とする請求項12に記載の新規なポリマーブレンド繊維。

【請求項14】 Cがエチレンテレフタレートとエチレンナフタレートの共重合体であり、かつDがポリエーテルイミド樹脂であることを特徴とする請求項12,13のいずれかに記載の新規なポリマープレンド繊維。

【請求項15】エチレンテレフタレートとエチレンナフタレートの共重合割合が、エチレンテレフタレート単位が99~50モルに対してエチレンナフタレート単位が1~50モルである請求項14に記載の新規なポリマープレンド繊維。

【請求項16】ポリエーテルイミド樹脂が下記一般式化 1で示される請求項14,15のいずれかに記載の新規 なポリマーブレンド繊維。

【化1】

(式中, R1は炭素原子数6~30の二価の芳香族有機基, R2は炭素原子数6~30の二価の芳香族有機基.

炭素原子数2~20のアルキレン基もしくはシクロアル 50 キレン基または炭素原子数2~8のアルキレン基で連鎖

20

停止されたポリオルガノシロキサン基を表す)

【請求項17】2成分からなる部分相溶系ポリマーブレンドを用いて相溶状態にして溶融紡糸し、紡出後の工程で物理的または化学的手段により相分離構造を発現させることを特徴とする新規なポリマーブレンド繊維の製造法。

【請求項18】ポリマーブレンドが、上限臨界共溶温度型の相図を有する請求項17に記載の新規なポリマーブレンド繊維の製造法。

【請求項19】相分離構造を発現させる工程において、ガラス転移温度以上、バイノーダル温度以下で熱処理することを特徴とする請求項18に記載の新規なポリマープレンド繊維の製造法。

【請求項20】相分離構造を発現させる工程において、スピノーダル温度以上、バイノーダル温度以下で熱処理することを特徴とする請求項18に記載の新規なポリマープレンド繊維の製造法。

【請求項21】2成分のうち少なくとも1成分が結晶性ポリマーである請求項17~20のいずれかに記載の新規なポリマープレンド繊維の製造法。

【請求項22】紡出後の工程が、紡糸第一引き取りロール間である請求項17~21のいずれかに記載の新規なポリマーブレンド繊維の製造法。

【請求項23】紡出後の工程が、延伸工程である請求項17~21のいずれかに記載の新規なポリマーブレンド 繊維の製造法。

【請求項24】紡出後の工程が、織物の精錬又は染色工程である請求項17~21のいずれかに記載の新規なポリマーブレンド繊維の製造法。

【請求項25】紡出後の工程で相分離構造を発現させた 30後、アルカリ減量処理することを特徴とする請求項17~24のいずれかに記載の新規なポリマーブレンド繊維の製造法。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、新規な相分離形態を有し、例えば風合い、染色性、軽量・保温性、吸水・吸湿性、耐熱性、撥水・撥油性等の特徴を付与した合成繊維として多方面へ利用できるポリマープレンド繊維およびその製造法に関するものである。

[0002]

【従来の技術】ポリマープレンドによる混合紡糸は、合成繊維の改質手段として、例えば染色性の向上、吸湿性の調節、比重の調節、橋かけ効果、粘弾性的性質の改善、風合い感触の向上等を目的に広範囲への応用が試みられている。この際、非相溶系ポリマープレンドを用いた溶融紡糸法による場合が主流である。しかしながら、互いに相溶しない2種以上のポリマープレンドを溶融紡糸するする場合、(1)ポリマーの混合が困難であったり、あるいは紡糸原液が不安定となり、脱混合を起こす 50

場合が多い, (2) 曳糸性が不良なため紡糸速度が上げられず生産性に劣る, (3) 得られた繊維の性質が変動し易い等の問題点があった。

4

【0003】これらの欠点を改良するため、分散ポリマーと相溶化剤を溶融状態であらかじめ混練りし、次いで繊維形成性ポリマーを溶融状態で混合した後溶融紡糸する方法(特開平4-209824号公報)や、海島構造の島成分に繊維形成性の熱可塑性樹脂を用い、製糸性を改良しながらプレンドポリマーの特徴を活かす方法(特開平6-2267号公報)が開示されている。

[0004] しかしながら、本質的に相溶性のないポリマープレンド系を用いる限り、ノズル通過時の剪断変形あるいは巻取り時の伸長変形を受ける際に分散相のサイズが変動、不均一化してしまい上記問題点を充分に改良することはできない。さらに、かかる相溶化剤は総じて高価であるため経済的に好ましいとは言えなかった。以上のように、非相溶ポリマープレンド繊維は広範囲への応用が期待されるにもかかわらず、上記問題点が充分に解決されていないため、実用化の例が極めて少ないのが現状である。

[0005]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記従来技術における問題点に着目してなされたものである。すなわち、本発明は安定な紡糸工程により、繊維の相分離構造を多様に、しかも再現性良く制御することを目的とするものである。また、分散相のサイズが小さく、かつサイズ分布の小さい形態を付与することにより、例えば、相分離繊維でありながら力学特性に優れるものや、分散相を例えば撥水・撥油等の機能を付与するための効果的な反応基点としたものや、さらには分散相のみを抽出することにより、軽量・保温性、ドライタッチ、深色鮮明性、あるいは吸水・吸湿性等の特徴を備えた繊維を提供することを目的としている。

[0006]

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するための手段、すなわち、本発明は、2成分からなるポリマーブレンド繊維であり、繊維横断面内において、一成分が円換算直径で0.001~0.4ミクロンのサイズに分散、相分離していることを特徴とする新規なポリマーブレンド繊維であり、更には、2成分からなるポリマーブレンド繊維であり、繊維の縦、横断面において、一成分が分散、相分離しており、相分離した分散相の、繊維横断面内における円換算直径(A)および繊維縦断面内における円換算直径(B)の比(P)が下記(1)式の通り、2.0以下であることを特徴とする新規なポリマーブレンド繊維であり、

$$P = B / A \le 2. \quad 0 \tag{1}$$

【0007】相分離した分散相の, 繊維横断面内における円換算直径(A) および繊維縦断面内における円換算直径(B)の比(P)が下記(1)式の通り, 2.0以

下である請求項1記載の新規なポリマーブレンド繊維であり、

$$P = B / A \le 2.$$
 (1)

2成分からなるポリマープレンド繊維であり、繊維の縦、横断面において、一成分が分散、相分離しており相分離した分散相が、繊維軸方向及び/又は断面方向に連通した形態を有する相分離構造である新規なポリマープレンド繊維であり、相分離した分散相の繊維横断面における円換算直径が0.005~0.1ミクロンである新規なポリマープレンド繊維であり、相分離した分散相の10繊維横断面における円換算直径が0.01~0.1ミクロンである新規なポリマープレンド繊維であり、

【0008】相分離構造が、連続相および/または分散相からなり、繊維横断面より任意に選んだ20の分散相の平均面積(X)が0.15平方ミクロン以下で、かつそのばらつきを表す指標Yが2.0以下である新規なポリマープレンド繊維であり、

Y = R / X $(R = X \max - X \min i)$

(但し、Xは、任意に選んだ20個の分散相の平均面積。Xmaxは、任意に選んだ20個の分散相のうち、面積の最も大きいものから3つの平均値。Xminiは、任意に選んだ20個の分散相のうち、面積の最も小さいものから3つの平均値。)

【0009】円換算直径で0.001~5ミクロンの微小空洞が無数にあり、かつそれぞれが互いに連結した海綿状の構造を有する繊維、および(9)ポリマーブレンドが、下記(2)式で表される重合度の比率が50以下のポリマーブレンドである新規なポリマーブレンド繊維であり、

$$N = n 1 / n 2$$
 (2)

(但し, n 1 はポリマーブレンド成分の中で重合度の大

$$\left(\begin{array}{c}
0 \\
0 \\
0
\end{array}\right) O - R^{1} - O - \left(\begin{array}{c}
0 \\
0 \\
0
\end{array}\right) N - R^{2}$$

(式中, R1は炭素原子数6~30の二価の芳香族有機基, R2は炭素原子数6~30の二価の芳香族有機基, 炭素原子数2~20のアルキレン基もしくはシクロアル 40キレン基または炭素原子数2~8のアルキレン基で連鎖停止されたポリオルガノシロキサン基を表す)

【0013】2成分からなる部分相溶系ポリマーブレンドを用いて相溶状態にして溶融紡糸し、紡出後の工程で物理的あるいは化学的手段により相分離構造を発現させることを特徴とする新規なポリマーブレンド繊維の製造法であり、ポリマーブレンドが、上限臨界共溶温度型の相図を有する新規なポリマーブレンド繊維の製造法であり、相分離構造を発現させる工程において、ガラス転移温度以上、バイノーダル温度以下で熱処理することを特50

きい方のポリマーの重合度、n2はポリマーブレンド成分の中で重合度の小さい方のポリマーの重合度。) 2成分のうち少なくとも1成分が結晶性ポリマーである新規なポリマーブレンド繊維であり、ポリマーブレンドがポリスチレンとポリー ϵ -カプロラクトン樹脂のブレンドである新規なポリマーブレンド繊維であり、

【0010】ポリマーブレンドが下記条件満足するC, D二種のポリマーからなる新規なポリマーブレンド繊維 であり、ここでCは、モノマーユニットa, bからなる 重合度50以上の共重合体である。Dはホモポリマーで あっても共重合体であっても良く,かつCを構成するモノマーユニットaのみからなる重合度50以上のホモポリマーとのブレンドにおいては完全相溶系であり,かつ Cを構成するモノマーユニットbのみからなる重合度5 0以上のホモポリマーとのブレンドにおいては非相溶系 である。

【0011】共重合体(C)を構成するモノマーユニットの一方の成分がエチレンテレフタレートであることを特徴とする新規なポリマーブレンド繊維であり、Cがポリマーブレンドがエチレンテレフタレートとエチレンナフタレートの共重合体であり、かつDがポリエーテルイミド樹脂であることを特徴とする新規なポリマーブレンド繊維であり、

【0012】エチレンテレフタレートとエチレンナフタレートの共重合割合が、エチレンテレフタレート単位が99~50モルに対してエチレンナフタレート単位が1~50モルである新規なポリマープレンド繊維であり、ポリエーテルイミド樹脂が下記一般式化2で示される新規なポリマープレンド繊維であり、

30 【化2】

徴とする新規なポリマーブレンド繊維の製造法であり、相分離構造を発現させる工程において、スピノーダル温度以上、バイノーダル温度以下で熱処理することを特徴とする新規なポリマーブレンド繊維の製造法であり、 お出後の工程が、 紡糸第一引き取りロール間である新規なポリマーブレンド繊維の製造法であり、 紡出後の工程が、 延伸工程である新規なポリマーブレンド繊維の製造法であり、 紡出後の工程が、 織物の精錬又は染色工程である新規なポリマーブレンド繊維の製造法であり、 お出後の工程で 相分離構造を発現させた後、 アルカリ減量処理する新規なポリマーブレンド繊維の製造法である。

【0014】以下,本発明の詳細を記述する。本発明の 要点は、特定の温度域で互いに相溶する部分相溶系のポ リマープレンドを相溶状態でノズルより押し出すことに より、従来から試みられている非相溶ポリマーブレンド の溶融紡糸時における紡糸不安定性および繊維特性の変 動等の欠点を改善し、かつ部分相溶系ポリマーブレンド の特性を利用し、相溶状態から非相溶状態へ変化する環 境を与える工程を経ることにより、多様、かつ従来にな い形態を付与することである。

【0015】本発明でいう相溶状態とは、分子レベルで 10 均一に混合している状態のことであり、具体的には 0. 001ミクロン以上の相構造を形成していない状態のこ とを言う。また、非相溶状態とは、相溶状態ではない場 合, すなわち0.001ミクロン以上の相構造を形成し ている状態のことを言う。相溶状態か否かを判断するに は、例えばPolymer Alloys and Blends ,Leszek A Utra cki, Hanser Publishers, Munich Vienna New York, P64. に述べられている通り、電子顕微鏡、示唆走査熱量計 (DSC), その他種々の手法によることができる。ま た、本発明でいう部分相溶系ポリマーとは、実用的に選 20 択できる温度および/またはポリマーブレンドを構成す る2種類のポリマーの混合比を変更することにより相溶 状態および非相溶状態の両方の分散状態をとり得るポリ マープレンドの組み合わせのことを、完全相溶系ポリマ -とは、実用的に選択できる温度および/またはポリマ ープレンドを構成する2種類のポリマーの混合比によら ず相溶状態であるポリマープレンドの組み合わせのこと を, 非相溶系ポリマーとは, 実用的に選択できる温度お よび/またはポリマーブレンドを構成する2種類のポリ マーの混合比によらず非相溶状態であるポリマープレン 30 ドの組み合わせのことを言う。ここで、実用的に選択で きる温度とは、ポリマーブレンドのガラス転移温度(ガ ラス転移温度を複数有する場合は、その中で最も低いガ ラス転移温度) 以上、ポリマープレンドの分解開始温度 以下を示す。すなわち、部分相溶系、完全相溶系、非相 溶系であるポリマープレンドの相溶状態を例えば図1~ 5の通りに表すことができる。図1~5は、本発明でい う部分相溶系のポリマーブレンドの一相領域あるいは二 相領域を表す図であり、図6~9は、本発明でいう海島 構図の繊維を横断面から観察した例を示す図であり、図 40 10は、本発明でいう変調構造の円換算直径Dの求め方 を示す図であり、図1~5におけるφはA成分の重量分 率を示し、斜線部は二相領域を示し、斜線部以外は一相 領域を示し、いずれの図においても温度の下限はポリマ ープレンドのガラス転移温度(ガラス転移温度が2以上 存在する場合は、その中で最も低いガラス転移温度)、 上限は、ポリマープレンドが分解し始める温度とする。 【0016】また、本発明でいう相分離構造とは、0. 001ミクロン以上の不均一な相構造を形成している構 造のことをいい,さらに本発明では図6~9に示す通

り,一方の成分が他方の成分と独立した島状のドメイン を形成している構造を海島構造(A)、両方の成分が互 いに独立しておらず、3次元的に連結している構造を変 調構造(B)と定義する。さらに,海島構造の島成分を 抽出等により実質的に除去した構造を微多孔、変調構造 の一方の成分を抽出等により実質的に除去した構造を海 綿状の構造と定義する。

【0017】上述の如く、本発明で提供し得る繊維内の 微細構造は,従来から試みられている非相溶系のポリマ ーブレンド繊維の構造とは大きく異なる。例えば、従来 からの非相溶系のブレンド紡糸では、混合比の少ない成 分がドメインを形成し、いわゆる海島構造を形成する。 このドメインのサイズは、紡糸前の段階において微小・ 均一であっても、ノズル通過時のせん断変形あるいは巻 き取り時の伸長変形により肥大化・不均一化するため、 繊維横断面における円換算直径Dが0. 4ミクロンより 大きく、しかも、ばらつきの指標Yが2.0より大きか った(ここでいう、円換算直径Dおよびばらつきの指標 Yは、後述の方法により求めたものである。Yは、分散 相の面積が完全に均一である場合、1となる)。このよ うに、DがO. 4ミクロンを越えるものは、単一成分か らなる合成繊維と比較し、強度等の力学特性において劣 ったり、分散相となる第2成分の特徴を付与するには、 相当量の混合比が必要であり、コストが大幅に増大す る。さらには、分散相のピッチが大きいため、例えば吸 水・吸湿性、撥水・溌油性、深色鮮明性、軽量・保温性 等の特徴を効果的に付与できない、等の問題点があっ た。また、ばらつきの指標 Yが 2.0 を越えるものは、 繊維物性の変動が大きいため、強度が劣る、あるいは染 色斑が生じる、といった問題点があった。これに対し、 当技術によれば、円換算直径が0.001≦D≤0.4 ミクロン、ばらつきの指標がΥ≦2.0である微小かつ 均一な分散サイズの形態を付与することができる。この ようにD \leq 0. 4ミクロン, かつY \leq 2. 0であるもの は、相分離繊維でありながら、力学特性に優れる、分散 相を、例えば、撥水・溌油性等の相反する機能を付与す るための効果的な反応基点とすることができる、分散相 のみを抽出することにより、軽量・保温性、ドライタッ チ、深色鮮明性、あるいは吸水・吸湿性等の特徴を付与 することができる, 等の点で従来の非相溶プレンド繊維 では到底到達し得なかった性能あるいは特徴を有する。 【0018】また、従来からの非相溶プレンド繊維で は、繊維中のポリマー分散状態が、用いるポリマーブレ ンドの種類および混合比によりほぼ決定されるため、付 与することのできる特徴が限定されたものであった。こ れに対し、本発明によれば単一複合素材を用いて、相分 離条件を変更することにより、分散相のサイズ・形態に おいて多種多様の繊維を提供することができる。例え ば、スピノーダル温度以上、バイノーダル温度以下で短

時間処理したもの、あるいは長時間処理したもの、さら

には、ガラス転移温度以上、スピノーダル温度以下で熱 処理した場合では、得られる形態およびサイズが大きく 異なり、かつ従来にない新規な構造を得ることができる (本発明でいう、スピノーダル温度、バイノーダル温度 とは、公知の通り、以下のことを意味する。すなわち、 スピノーダル温度とは、「スピノーダル分解機構」によ り相分離する温度と「核生成および成長機構」により相 分離する温度の境界のことである。また、バイノーダル 温度とは、系が相溶する温度と相分離する温度の境界の ことである。これらの詳細な説明は、例えば、PolymerA 10 lloys and Blends , Leszek A Utracki, Hanser Publishe rs, Munich Vienna NewYork, P32. 等に示されている。) 中でも、スピノーダル温度以上、パイノーダル温度以下 で短時間処理した場合に生じる、分散相が繊維軸方向お よび/または断面方向に連通した変調構造は、非相溶ポ リマーにより形成される海島構造では到底達し得ない効 果が期待できる。例えば、上記形態では、2成分とも連 続相となり、かつ界面の厚みが大きいため、 耐熱性ポリ マーを一方の成分に用いることにより、プレンド繊維の 耐熱性を飛躍的に向上することができる。さらに、一方 20 の成分のみを抽出することにより海綿状の繊維を得るこ ともできる。このようにして得られた海綿状繊維は、無 数の微小空洞が互いに連通しているため、従来素材では 到底到達し得なかった吸水・吸湿性等の性能を付与する ことができる。

【0019】さらに、従来からの非相溶プレンド繊維では、紡糸あるいは延伸時のドラフトにより、分散相の形態が繊維軸に沿って極度に伸長するため、繊維横断面および縦断面の円換算直径の比率が2を越えるものしか造り得なかった。このような、形態により、深色鮮明性や30タッチの面での特徴を付与しても大きな効果は期待できない。これに対し、本発明では、相分離構造を発現する工程が、紡出以降であるため、繊維横断面および縦断面の円換算直径の比率がほぼ1である分散相の形態を付与することも可能である。このような形態は、分散相を抽出することにより表面に微多孔を有する繊維とすることができ、これまでにないタッチあるいは、深色鮮明性等の特徴を付与することができる。

【0020】また、従来からの非相溶プレンド繊維は、繊維横断面より観察される分散相のサイズが平均面積X 40が0.15平方ミクロンより大きく、かつそのばらつきを表す指標Yが2.0を越えるため、品質が変動したり、未延伸糸の段階で前記の如き分散状態であるものは、延伸時にボイド等の欠陥を生じる、等の問題点があった。これに対し本発明では、分散相のサイズが微細かつ均一であるため、品質変動が少なく、かつ未延伸糸の状態で相分離構造を付与しても容易に延伸することができる。特に、相分離構造が、連続相および/または分散相からなり、繊維横断面より任意に選んだ20個の分散相の平均面積Xが0.15平方ミクロン以下で、かつそ 50

のばらつきを表す指標 Y が 2. 0以下である場合,品質の安定性および延伸性の面で非相溶ポリマーブレンド繊維のそれより著しく優れたものとなる。また、延伸糸において分散相サイズのばらつきが少ないものは、従来からの非相溶ブレンド繊維に対し、特に強度等の力学的特性の面で有利である。さらに、繊維形成後も織物の精錬又は染色工程時の熱処理等により相分離構造の形態およびサイズを任意に制御できる、あるいは易アルカリ減量成分のエッチングによる微多孔化や海綿状化、等も可能であるため広範囲な要求物性に応じることができる。

10

【0021】本発明で述べるポリマーブレンドとは、以下の関係にあるポリマー重合度の比率Nが50以下であり、かつ部分相溶系であるものが望ましい。

N=n1/n2(但し, n1はポリマーブレンド成分の中で重合度の大きい方のポリマーの重合度, n2はポリマーブレンド成分の中で重合度の小さい方のポリマーの重合度。)

上述の重合度は、ポリマーブレンドを構成する各成分をポリマーブレンド中、少なくとも一方の成分が可溶である溶剤を用いた抽出操作等で単離し、得られた各成分の分子量を測定することにより算出することができる。Nが50を越えると、低重合度成分が実質上高重合度成分の溶剤として作用し、相分離速度が極度に速くなるため、相分離構造を任意に、しかも再現性良く制御することが困難となる。また、低分子量成分が繊維に残留し難く、長期残存性に劣るという欠点もある。従って、この比率Nは、好ましくは20以下、さらに好ましくは10以下であることが望ましい。

【0022】また、ポリマーブレンドの組み合わせは、 部分相溶系であれば特に限定しないが、(1)紡糸時の 溶融押し出し後における気体あるいは液体による冷却過 程のみで相分離構造を発現し得る, また(2)繊維形状 を保持したまま、加熱処理により相分離構造を発現し得 る上限臨界共溶温度型の相図を有するポリマーの組み合 わせが好ましい。このような、ポリマーブレンドの例と しては、下記条件を満足するC、D二種のポリマーから なる組み合わせが挙げられるが、もちろんこれに限定さ れるものではない。Cは、モノマーユニットa、bから なる重合度50以上の共重合体である。Dは、ホモポリ マーであっても共重合体であっても良いが、Dを構成す るモノマーユニットaのみからなる重合度50以上での ホモポリマーとのブレンドにおいては完全相溶系であ り、かつCを構成するモノマーユニットものみからなる 重合度50以上のホモポリマーとのブレンドにおいては 非相溶系である。

【0023】ここでいう、完全相溶系、および非相溶系とは前述の通りである。前記組み合わせ(C/D)の中でも、繊維素材として、コストおよび力学特性のパランスから、ランダム共重合体(C)を構成する一方の成分がエチレンテレフタレートであるものが好ましい。ま

た、繊維形成性の点からは、少なくとも1成分以上結晶性ポリマーを含むことが好ましい。本発明でいう結晶性ポリマーとは、示差走査熱量計(DSC)にて、融点の観察されるポリマーであれば特に限定するものではない。具体的には、例えばポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート、ポリブチレンテレフタレートやそれらの共重合体等の芳香族ポリエステル系、およびポリー ϵ -カプロラクトン等の脂肪族ポリエステル系、あるいはナイロン6、ナイロン66等の脂肪族ポリアミド系、あるいはポリエチレン、ポリプロピレン、ポリピニルアルコール、ポリ塩化ビニル等のポリオレフィン・ビニル系、ポリオキシメチレン等のポリーエーテル系等が挙げられる。

【0024】実際に、上限臨界共溶温度型の相図を有 し、かつ繊維形成性に優れる結晶性ポリマーを含むポリ マープレンドの組み合わせとしては、ポリエチレンテレ フタレートーポリエチレンナフタレート共重合体/ポリ エーテルイミド系やポリエチレンテレフタレートーポリ ブチレンテレフタレート共重合体/塩素化ポリエチレ ン,ポリスチレン/ポリーε-カプロラクトン系等が挙 20 げられる。特に、ポリエチレンテレフタレートーポリエ チレンナフタレート共重合体/ポリエーテルイミド系で は、ポリエチレンテレフタレートーポリエチレンナフタ レート共重合体の共重合比がプレンド系の相溶性と強く 関連しており、エチレンテレフタレート単位が99モル を越える場合は, 非相溶系となり, 紡糸不安定性や力学 特性の不良等、従来からの非相溶プレンド紡糸の欠点を 改善することができない。また、エチレンテレフタレー ト単位が50モルを下回る場合は、完全相溶系となるた め、繊維に相分離形態を付与することができない。従っ 30 て、エチレンテレフタレートとエチレンナフタレートの 共重合割合が、エチレンテレフタレート単位が99~5 0モルに対してエチレンナフタレート単位が1~50モ ルであることが望ましい。さらに、力学特性や相分離構 造付与の容易さから、エチレンテレフタレートとエチレ ンナフタレートの共重合割合が、エチレンテレフタレー ト単位が95~70モルに対してエチレンナフタレート 単位が5~30モルであることが、より好ましい。

【0025】また、用いるポリマー中には、必要に応じて、カーボンプラック、酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化ケイ素、酸化カルシウム、マイカ、金属微細粉、有機顔料、無機顔料、抗酸化剤、蛍光増白剤、難燃剤、帯電防止剤、溌水剤、吸湿剤、吸水剤、粘度調整剤、紫外線吸収剤など、通常用いられる添加剤を配合しても良い。

【0026】本発明の提供する新規なポリマープレンド

繊維の製造法は、特定の温度域で互いに相溶する部分相 溶系のポリマーブレンドを相溶状態でノズルより押し出 すことにより、従来から試みられている非相溶ポリマー プレンドの溶融紡糸時における紡糸不安定性および繊維 特性の変動等の欠点を改善し、かつポリマープレンドの 相図を利用した相分離工程により多様な相分離構造を付 与することが技術的要点である。用いるポリマープレン ドの組み合わせは、部分相溶系であれば特に限定するも のであはないが、①紡糸時の冷却過程における温度ジャ ンプのみで相分離構造を発現し得る, また②繊維形状を 保持したまま、加熱処理により相分離構造を発現し得る 上限臨界共溶温度型の相図を有するポリマーの組み合わ せが好ましい。このように、相図を有するポリマーの組 み合わせの場合, 相分離条件を変更することにより, 分 散相のサイズ・形態において多種多様の繊維を提供する ことができる。例えば、スピノーダル温度以上、パイノ ーダル温度以下で短時間処理した場合, 分散相が繊維軸 方向および/または断面方向に連通した形態が得られ、 スピノーダル温度以上、パイノーダル温度以下で長時間 処理したものは、海島状態の分散相が形成され、さらに は、ガラス転移温度以上、スピノーダル温度以下で熱処 理した場合は、スピノーダル温度以上、バイノーダル温 度以下で得られる形態とは異なる海島状態の分散相が形 成される。さらに、前記により相分離構造を形成した繊 維は、一方の成分を溶剤で抽出することにより、微多孔 あるいは海綿状の繊維とすることもできる。

12

【0027】相分離構造を発現させる工程は、ノズルを 通過した後であれば特に限定するものではない。具体的 には、ノズル通過後の巻取り時における冷却過程、巻取 り後の延伸・熱処理過程、織物の精錬又染色工程、未延 伸糸、延伸糸への熱処理あるいは水分付与による相分離 等が挙げられる。

[0028]

【実施例】以下,具体的に実施例を説明するが,本発明 はこれらに制限されるものではない。

【0029】実施例1

(a) 成分としてエチレンテレフタレートとエチレンナフタレートとの共重合体をエチレンテレフタレート:エチレンナフタレート=9:1となるよう常法により合成した共重合ポリエステル(固有粘度0.6:フエノール/テトラクロロエタン=6/4(v/v),30 $^{\circ}$ 0 を用い,(b) 成分として下記一般式化3で示されるポリエーテルイミド樹脂,ウルテム-1000(ゼネラルエレクトリック社製)を用いた。(a) 成分は結晶性,

(b) 成分は非晶性ポリマーである。

【化3】

$$\left(\begin{matrix}\begin{matrix}\begin{matrix}\begin{matrix} c \\ c \\ c \end{matrix}\end{matrix}\end{matrix}\right) - o - \left(\begin{matrix}\begin{matrix} c \\ c \end{matrix}\end{matrix}\right) - \begin{matrix}\begin{matrix} c \\ c \end{matrix}\end{matrix}\right) - o - \left(\begin{matrix}\begin{matrix} c \end{matrix}\end{matrix}\right) - o - \left(\begin{matrix} c \end{matrix}\end{matrix}\right) - o - \left(\begin{matrix}\begin{matrix} c \end{matrix}\end{matrix}\end{matrix}\right) - o - \left(\begin{matrix}\begin{matrix} c \end{matrix}\end{matrix}\end{matrix}\right) - o - \left(\begin{matrix}\begin{matrix} c \end{matrix}\end{matrix}\end{matrix}\right) - o - \left(\begin{matrix}\begin{matrix} c \end{matrix}\end{matrix}\end{matrix}\end{matrix}\right) - o - \left(\begin{matrix}\begin{matrix} c \end{matrix}\end{matrix}\end{matrix}\end{matrix}\end{matrix}\end{matrix}$$

前記, (a), (b) 成分のポリマーブレンドの相溶性 を後述の方法により調べ、上限臨界共溶温度型の相図を 有することを確認した。紡糸用のペレットは、ポリエー テルイミドの組成比が30wt%となるよう(a)成分 と (b) 成分とを30mm φ2軸押出機を使用してシリ 10 ンダー温度320℃で混練り押し出した後、120℃で 8時間真空乾燥したものを用いた。上記ペレットを孔数 6の紡糸口金を用い、吐出量3.6g/分、紡糸温度3 15℃, 紡速500m/分で紡糸した。さらに、上記の 紡糸条件において巻き取り速度のみを変更したところ、 糸切れすることなく、30分間以上巻き取れる最高紡速 は、4000m/分であった。また、紡速500m/分 で得られた未延伸糸を、ホットローラーおよびホットプ レートを備した延伸機にて、ホットローラー温度90 ℃、ホットプレート温度140℃、倍率3.0倍の条件 20 で延伸した。得られた延伸糸を光学顕微鏡にて観察した ところ、ボイド等の欠陥もなく良好に延伸されているこ とが分かった。上記により得られた延伸糸の形態を電子 顕微鏡にて観察し、後述の方法によりD、Y、Pを求め た。分散相の形態は、海島構造であり、かつD=0. 0 02ミクロン, Y=1.3, P=1.3であった。これ は、従来の非相溶系のプレンド繊維と比較し、非常に微 細かつ均一なサイズであり、さらに、殆ど繊維軸方向に 扁平していない新規な形態を持つものであった。

【0030】実施例2

実施例1において、延伸時のホットプレートの温度を1 70℃とする以外は、全く同様の実験を行った。得られ た延伸糸を光学顕微鏡にて観察したところ、ボイド等の 欠陥もなく良好に延伸されていることが分かった。上記 により得られた延伸糸の形態を電子顕微鏡にて観察し、 後述の方法によりD、Y、Pを求めた。分散相の形態 は、海島構造であり、かつD=0.3ミクロン、Y= 1. 4, P=1. 3であった。これは、実施例1と比較 すると円換算直径Dが大きくなったものの、従来の非相 溶系のプレンド繊維と比較し、非常に微細かつ均一なサ 40 イズであり、さらに、殆ど繊維軸方向に扁平していない 新規な形態を持つものであった。

【0031】 実施例3

実施例1と同一の紡糸用ペレットを用い, 孔数6の紡糸 口金を用い, 吐出量3. 6g/分, 紡糸温度315℃, 紡速500m/分で巻取った未延伸糸をホットステージ 上,180℃で20秒間加熱処理した。得られたサンプ ルの形態を電子顕微鏡にて観察し、後述の方法によりD を求めた。分散相の形態は、従来の非相溶系のプレンド 繊維に見られるものとも、また実施例1、2とも全く異 50 なる形態のいわいる変調構造であり、かつD=0.01 ミクロンであった。

14

[0032] 実施例4

実施例3において、未延伸糸を180℃で60秒間加熱 処理する以外は、全く同様の実験を行った。得られたサ ンプルの形態を電子顕微鏡にて観察し、後述の方法によ りD、Y、Pを求めた。分散相の形態は、海島構造であ り、かつD=0. 08ミクロン、Y=1. 3、P=1. 0であった。これは、従来の非相溶系のプレンド繊維と 比較し、非常に微細かつ均一なサイズであり、さらに、 実施例1,2と比較しても、繊維軸方向への扁平の極め て少ない新規な形態を持つものであった。

【0033】実施例5

実施例3において、未延伸糸を180℃で300秒間加 熱処理する以外は、全く同様の実験を行った。得られた サンプルの形態を電子顕微鏡にて観察し、後述の方法に よりD、Y、Pを求めた。分散相の形態は、海島構造で あり、かつD=0. 4ミクロン、Y=1. 6, P=1. 0であった。分散相のサイズDは実施例1~4と比較し て大きいが、従来の非相溶系のブレンド繊維に対しては 小さく,かつ均一なサイズであり,さらに,実施例1, 2と比較しても、繊維軸方向への扁平の極めて少ない新 規な形態を持つものであった。

[0034] 実施例6

実施例1において、ホットプレート温度120℃で延伸 したサンプルを製織後、90℃、60g/lのNaOH 水溶液で2時間処理した。得られたサンプルの繊維表面 を走査型顕微鏡にて観察したところ海綿状の独特な形態 であった。また、後述の方法により求めたDは0.01 ミクロンであった。 さらに、その手触りは従来から知ら れているポリエステル繊維のアルカリ減量加工により得 られるものとは全く異なる独特なドライ感を有するもの であった。

【0035】 実施例7

(a) 成分としてエチレンテレフタレートとエチレンナ フタレートとの共重合体をエチレンテレフタレート:エ チレンナフタレート=95:5となるよう常法により合 成した共重合ポリエステル(固有粘度0.6:フェノー ル/テトラクロエタン=6/4 (v/v), 30°)を 用い、(b) 成分として下記一般式化4で示されるポリ エーテルイミド樹脂、ウルテム-1000(ゼネラルエ レクトリック社製)を用いた。(a)成分は結晶性、

(b) 成分は非晶性ポリマーである。

【化4】

$$\begin{pmatrix}
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\
\cdot & \cdot & \cdot$$

前記、(a),(b)成分のポリマーブレンドの相溶性 を後述の方法により調べ、上限臨界共溶温度型の相図を 有することを確認した。紡糸用のペレットは、ポリエー テルイミドの組成比が10wt%となるよう(a)成分 と(b)成分とを30mmø2軸押出機を使用してシリ ンダー温度320℃で混練り押し出した後、120℃で 8時間真空乾燥したものを用いた。上記ペレットを孔数 6の紡糸口金を用い、吐出量3.6g/分、紡糸温度3 15℃、紡速500m/分で紡糸した。さらに、上記の 紡糸条件において巻き取れる最高紡速は、4000m/ 分であった。また、紡速500m/分で得られた未延伸 糸を、ホットローラーおよびホットプレートを備した延 伸機にて、ホットローラー温度90℃、ホットプレート 温度140℃、倍率4.2倍の条件で延伸した。得られ た延伸糸を光学顕微鏡にて観察したところ、ボイド等の 20 欠陥もなく良好に延伸されていることが分かった。上記 により得られた延伸糸の形態を電子顕微鏡にて観察し、 後述の方法によりD, Y, Pを求めた。分散相の形態 は、海島構造であり、かつD=0.001ミクロン、Y -1. 3, P-1. 3であった。これは、従来の非相溶 糸のブレンド繊維と比較し、非常に繊細かつ均一なサイ ズであり、さらに、殆ど繊維軸方向に扁平していない新 規な形態を持つものであった。

【0036】比較例1

(a) 成分としてポリスチレン (重量平均分子量350 0) を用い、(b) 成分としてポリプタジエン(重量平 均分子量2500) を用いた。(a), (b) 両成分と も非晶性ポリマーである。前記, (a), (b)成分の ポリマーブレンドの相溶性を後述の方法により調べ、上 限臨界共溶温度型の相図を有することを確認した。紡糸 用のペレットは、ポリブタジエンの組成比が20wt% となるよう (a) 成分と (b) 成分とを 30 mm φ 2 軸 押出機を使用してシリンダー温度220℃で混練り押し 出した後、70℃で12時間真空乾燥したものを用い た。種々の温度、叶出速度、巻き取り速度にて上記ペレ 40 ットの紡糸を試みたが曳糸性に劣り、安定に繊維を得る ことはできなかった。

【0037】比較例2

(a) 成分としてナイロン6を用い、(b) 成分として ポリプロピレンを用いた。(a)(b)両成分とも結晶 性ポリマーである。前記, (a), (b) 成分のポリマ ープレンドの相溶性を後述の方法により調べたところ、 非相溶系であることが分かった。紡糸用のペレットは, ポリプロピレンの組成比が10wt%となるよう(a) 成分と(b)成分とを30mmφ2軸押出機を使用して 50

シリンダー温度280℃で混練り押し出した後、120 ℃で8時間真空乾燥したものを用いた。上記ペレットを 孔数6の紡糸口金を用い、吐出量3.6g/分、紡糸温 度280℃で紡糸したが、500m/分の低速巻き取り 時においてもノズル背圧変動、流動不安定等が生じ糸切 れが多発した。上記により、少量のみ得られた500m /分巻きの未延伸糸を、ホットローラーおよびホットプ レートを備した延伸機にて、ホットローラー温度40 ℃、ホットプレート温度120℃、倍率2.5倍の条件 で延伸した。得られた延伸糸を光学顕微鏡にて観察した ところ、ポイドが多数生じており、良好に延伸されてい ないことが分かった。上記により得られた延伸糸の形態 を電子顕微鏡にて観察し、後述の方法によりD, Y, P を求めた。分散相の形態は、海島構造であり、かつD= 1. 2ミクロン, Y=2. 6, P=9. 4であった。

【0038】比較例3

比較例2と同一の紡糸用ペレットを用い, 孔数6の紡糸 口金を用い、吐出量3.6g/分、紡糸温度280℃、 紡速500m/分で巻き取った未延伸糸をホットステー ジ上、100℃で20秒間加熱処理した。得られたサン プルの形態を電子顕微鏡にて観察し、後述の方法により D, Y, Pを求めた。分散相の形態は、海島構造であ り、かつD=1. 6ミクロン、Y=2. 7、P=5. 8 であった。

【0039】比較例4

比較例3において、未延伸糸を100℃で300秒間加 熱処理する以外は、全く同様の実験を行った。得られた サンプルの形態を電子顕微鏡にて観察し、後述の方法に よりD、Y、Pを求めた。分散相の形態は、海島構造で あり、かつD=1. 6ミクロン、Y=2. 7、P=5. 2であった。

(比較例5) (a) 成分としてエチレンテレフタレート とエチレンナフタレートとの共重合体をエチレンテレフ タレート:エチレンナフタレート=97:3となるよう 常法により合成した共重合ポリエステル(固有粘度0. 6: フエノール/テトラクロロエタン=6/4 (v/ v), 30℃) を用いた。前記, (a), (b) 成分の ポリマーブレンドの相溶性を後述の方法により調べたと ころ、非相溶系であった。紡糸用のペレットは、ポリエ ーテルイミドの組成比が30wt%となるよう(a)成 分と(b)成分とを30mmφ2軸押出機を使用してシ リンダー温度320℃で混練り押し出した後、120℃ で8時間真空乾燥したものを用いた。上記ペレットを孔 数6の紡糸口金を用い、吐出量3.6g/分、紡糸温度 315℃, 紡速500m/分で紡糸したが, ノズル背圧

変動、流動不安定等が生じ糸切れが多発した。上記によ り、少量のみ得られた500m/分巻きの未延伸糸を、 ホットローラーおよびホットプレートを備した延伸機に て、ホットローラー温度90℃、ホットプレート温度1 40℃, 倍率3. 0倍の条件で延伸した。得られた延伸 糸を光学顕微鏡にて観察したところ、多数のボイドが生 じており、良好に延伸されていないことが分かった。上 記により得られた延伸糸の形態を電子顕微鏡にて観察 し、後述の方法によりD、Y、Pを求めた。分散相の形 態は、海島構造であり、かつD=1.5ミクロン、Y= 10 2. 8, P=7. 6であった。

(比較例6) (a) 成分としてエチレンテレフタレート とエチレンナフタレートとの共重合体をエチレンテレフ タレート:エチレンナフタレート=60:40となるよ う常法により合成した共重合ポリエステル(固有粘度 0.6: フエノール/テトラクロロエタン=6/4(v/v), 30℃)を用いた。前記, (a), (b)成分 のポリマーブレンドの相溶性を後述の方法により調べた ところ、完全相溶系であった。紡糸用のペレットは、ポ リエーテルイミドの組成比が30wt%となるよう

(a) 成分と(b) 成分とを30mmφ2軸押出機を使 用してシリンダー温度320℃で混練り押し出した後, 120℃で8時間真空乾燥したものを用いた。上記ペレ ットを孔数6の紡糸口金を用い、吐出量3.6g/分、 紡糸温度315℃、紡速500m/分で紡糸した。さら に、上記の紡糸条件において巻き取り速度のみを変更し たところ、糸切れすることなく、30分間以上巻き取れ る最高紡速は、4000m/分であった。また、紡速5 00m/分で得られた未延伸糸を、ホットローラーおよ びホットプレートを備した延伸機にて、ホットローラー 温度90℃, ホットプレート温度140℃, 倍率3.0 倍の条件で延伸した。得られた延伸糸を光学顕微鏡にて 観察したところ、ボイド等の欠陥もなく良好に延伸され ていることが分かった。上記により得られた延伸糸の形 態を電子顕微鏡にて観察したが、分子レベルで均一な構 造であった。実施例および比較例の結果を表1にまとめ

[0040] 【表1】

	40 34 46	要条包	ŧ			相分無構造			
	相溶性	吐出性	糸切れ性	最高妨速	延伸性	D (µ m)	Y	P	影照
実施例 1	部分相路	0	0	4000章/分	0	0. 002	1. 3	1 3	海島排送
実施例 2	部分相容	同上	同上	同上	0	0. 3	1. 4	1. 3	海島棚は
実施例3	部分相將	同上	同上	一同上	-	0. 01	1. 3	Ī -	変調構設
実施例 4	部分相容	前上	同上	同上.	-	0. 08	1. 3	1. 0	海島構立
突施例 5	部分相溶	同上	同上	制上	-	0. 4	1. 6	1. 0	海岛構造
実施例 6	部分相常	同上	同上	同上	1/ -	<u> </u>	; -	-	海綿状
実施例7	部分相談	同上	同上	同上	0	0. 00 L	1. 3	1. 3	海島構造
比較例1	部分相容	×	×	* 1) ×	* 1	j + 1	* 1	* 1
比較例 2	非相念	×	×	500m/ //	×	11. 2	2. 6	9. 4	海島構造
比較例 3	非相解	'×	×	同上	×	1. 6	2. 7	5. 8	海島構造
比較例 4	非相格	×	! ×	同上	×	1. 6	2. 7	5. 2	海島構造
比较例 5	非相熔	×	×	500ヵ/分	×	1. 5	2. 8	7. 6	海岛槽
比較例 6	完全相溶	0	0	4000n/5	0	* 2	* 2	* 2	均一構造

20

出性:紡糸時のノズル背圧変動が 5 kg/cm "以下の場合→○. 5 kg/cm "を越える場合→×。 切れ性: 5 0 0 m/分で紡糸時の糸切れ件数が1回/2 0分以下の場合→○. 1回/2 0分を越える場合

及高坊選:30分間以上、糸切れせず巻き取り可能な坊選の上便。 延伸性:送伸糸を光学類微鏡にて観察し、10000平方ミクロン当たりのポイドの数か5個以下の場合、 一つ、5個を越える場合→×。 ▼1:曳糸性に劣るため、繊維形態のサンプルを得ることができなかった。

: 曳条性に劣るため、繊維形態のサンプルを得 : 完全相容系であるため相分離構造を形成せず。

【0041】測定方法

実施例、比較例に示す測定方法および評価方法は以下に 示す方法によった。

(形態観察) ミクロトームにより切断した繊維横断面お よび縦断面の電子顕微鏡写真により観察した。電子顕微 **競写真を撮影する際は、ポリマーブレンドの組み合わせ** に応じ、次に示す手順に従い評価した。①易溶出成分/ 難溶出成分の組み合わせの場合:繊維横断面切断後,易 溶出成分の抽出溶剤にて減量率20%で抽出し、走査型 50

電子顕微鏡(SEM)にて観察する。②一方の成分のみ 二重結合を有する場合:繊維横断面切断後,四酸化オス ミウム(0s04)にて染色後、透過型電子顕微鏡(T EM)にて観察する。③一方の成分のみ芳香族系化合物 である場合:四酸化ルテニウム(RuO4)にて染色 後、透過型電子顕微鏡(TEM)にて観察する。④一方 の成分がアミド結合を有する場合:リンタングステン酸 にて染色後、透過型電子顕微鏡(TEM)にて観察す る。但し、これらの操作は、ポリマーの組み合わせに応

じ任意に選択することができ,特に限定するものではない。

(分散相の平均面積X,円換算直径D,ばらつきを表す 指標Y)相分離構造が海島構造である場合,上述の方法 により,撮影した繊維横断面の電子顕微鏡写真により, 任意に選んだ20個の島相の平均面積をXとした。但 し,変調構造の場合は,明確な形状がないためXは求め なかった。また,海島構造を形成しているものは,上記 Xを円形に換算した場合の直径を円換算直径Dとした。 但し,変調構造の場合は,図10に示す通り,上述の方 10 法により,撮影した繊維横断面の電子顕微鏡写真上に直 線を引き,混合比の少ない成分を20回通過した距離 (図中d)の平均をDとした。さらに,下式により求め

Y = R / X $(R = X \max - X \min i)$

たYをばらつきの指標とした。

(但し、Xは、上述の通り、任意に選んだ20個の分散相の平均面積。Xmaxは、任意に選んだ20個の分散相のうち、面積の最も大きいものから3つの平均値。Xminiは、任意に選んだ20個の分散相のうち、面積の最も小さいものから3つの平均値。)但し、変調構造の場合、Xが求まらないためYも求めなかった。

(相溶性の評価) (a), (b) 両成分を溶媒キャスト法にて製膜し, 所定の温度で5時間熱処理した。その後, 光学顕微鏡下で相分離しているか否かを観察した。 (最高紡速の評価) ポリマーの可紡性を見るため, 異なる数種の巻取り速度で紡糸した。

(延伸性の評価) 得られた延伸糸を光学顕微鏡にて観察し、10000平方ミクロン当たりのボイドの数が5個以下の場合,延伸性良好(〇),5個を越える場合,延伸性不良(×)と評価した。

[0.042]

【発明の効果】本発明によるポリマーブレンド繊維は, 従来から試みられている非相溶ポリマーブレンドを用い た場合に生じる紡糸不安定性を著しく改善しながら,多 様な相分離構造を任意に、再現性良く付与したものである。従って、(1)品質変動が少ない、(2)ポイド等の欠陥のない延伸糸を提供できる、(3)相図を利用した多様な相分離形態により広範囲な要求物性へ対応できる、等の効果を有する。特に、分散相のサイズが小さく、かつサイズ分布の小さい形態を付与することにより、例えば、相分離繊維でありながら力学特性に優れるものや、分散相を例えば撥水・溌油等の機能を付与するための反応基点としたものや、さらには分散相のみを抽出することにより、軽量・保温性、ドライタッチ、濃色鮮明性、あるいは吸水・吸湿性等の特徴を備えた繊維を提供することができる。

20

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明でいう部分相溶系のポリマーブレンドの 一相領域あるいは二相領域を表す図の一例である。

【図2】本発明でいう部分相溶系のポリマープレンドの 一相領域あるいは二相領域を表す図の一例である。

【図3】本発明でいう部分相溶系のポリマーブレンドの 一相領域あるいは二相領域を表す図の一例である。

【図4】本発明でいう部分相溶系のポリマーブレンドの 一相領域あるいは二相領域を表す図の一例である。

【図5】本発明でいう部分相溶系のポリマーブレンドの 一相領域あるいは二相領域を表す図の一例である。

【図6】本発明でいう海島構造の繊維を横断面から観察した図の一例である。

【図7】本発明でいう海島構造の繊維を横断面から観察 した図の一例である。

【図8】本発明でいう海島構造の繊維を横断面から観察 した図の一例である。

30 【図9】本発明でいう海島構造の繊維を横断面から観察した図の一例である。

【図10】本発明でいう変調構造のDの求め方を示す図である。

